

ヒドロキシエチルセルロース
Hydroxyethylcellulose
Stage 4

本品は部分的に *O*-(2-ヒドロキシエチル)化したセルロースである。本品はリン酸塩のような適当な pH 調節剤を加えることができる。

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロキシエトキシ基 (-OC₂H₄OH: 61.06) 30.0 ~ 70.0%を含む。

確認試験

- (1) 赤外吸収スペクトル測定法。本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
- (2) 本品の乾燥物 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に分散させる。10 分後この液につき、新たに煮沸して冷却した水を加えて 100 mL とし、完全に溶解するまでかき混ぜる。この液 10 mL を煮沸するとき、液は澄明なままである。

pH 確認試験 (2) の溶液の pH は 5.5 ~ 8.5 である。

純度試験

- (1) 塩化物 確認試験 (2) の溶液 1 mL に水を加えて 30 mL とし、この液 15 mL をとり、20% w/v% 硝酸溶液 1 mL を加える。この混濁液を硝酸銀溶液(17→1000)1 mL が入った試験管に加える。これを検液として、試験を行う。比較液には塩化物標準液 (5 ppm Cl) 10 mL に水 5 mL を加えたものを同様に操作して得られた液を用いる。黒色の背景を用い、試験管を水平方向から観察する。遮光しながら 5 分間放置したとき、検液の混濁は比較液の混濁より濃くない。(1.0%以下)
- (2) 硝酸塩 指示電極に硝酸イオン選択電極を用い、参照電極に銀-塩化銀電極を用いて、0.1 mol/L 硫酸アンモニウム試液を参照電解質として電位差測定法により試験するとき、硝酸塩の量は、本品の粘度が 1000 mPa・s 以下では、3.0%以下 (乾燥物換算)、本品の粘度が 1000 mPa・s を超えるものでは 0.2%以下 (乾燥物換算) である。次の溶液は、用時製する。

緩衝液：薄めた 2 mol/L 硫酸試液溶液 (1 → 2) 50 mL と水 800 mL の混液に、リン酸二水素カリウム 135 g を加え、水を加えて 1000 mL とする。

硝酸塩標準液 (500 ppm NO₃)：硝酸カリウム 0.8154 g を薄めた緩衝液 (1 → 25) に溶かして 500 mL とする。さらに、同じ緩衝液を加えて、1000 mL とする。

試料溶液：本品 0.50 g を薄めた緩衝液 (1 → 25) に溶かして 100.0 mL とする。

標準溶液：本品の粘度が 1000 mPa・s 以下では、10.0 mL、20.0 mL 及び 40.0 mL の硝酸塩標準液 (500 ppm NO₃) を薄めた緩衝液 (1 → 25) で希釈し、それぞれ 100.0

mLとする。本品の粘度が 1000 mPa・s を超えるものでは、1.0 mL、2.0 mL 及び 4.0 mL の硝酸塩標準液（500 ppm NO₃）を薄めた緩衝液（1 → 25）で希釈し、それぞれ 100.0 mL とする。

各溶液について測定し、検量線を作成して試料溶液の硝酸塩濃度を求める。

粘度の判定には次の方法を用いる。

粘度：本品の乾燥物 2.00 g に対応する量を水 50 g にかき混ぜ、さらに水を加えて 100 g とし、完全に溶解するまでかき混ぜる。回転粘度計を用いて 25°C における粘度を測定する。粘度が 100 mPa・s 未満のものには、ずり速度を 100 s⁻¹ に設定し、粘度が 100 mPa・s 以上から 20,000 mPa・s 以下のものにはずり速度 10 s⁻¹ を設定し、粘度が 20,000 mPa・s より大きいものには、ずり速度 1 s⁻¹ 以上を設定する。ずり速度 10 s⁻¹ 又は 100 s⁻¹ を正確に設定できない場合には、わずかに上下させて内挿する。

(3) アルデヒド（グリオキザール）本品 1.0 g を共栓付き試験管にとり、エタノール（99.5）10 mL を加えて、密栓し 30 分間機械的にかき混ぜた後、遠心分離する。上澄み液をとり、試料溶液とする。試料溶液 2.0 mL に、メチルベンゾチアゾロンヒドラゾン塩酸塩 4 g を薄めた酢酸（100）（4 → 5）に溶かして 1000 mL とした液 5 mL を加え、均一になるまで振り混ぜる。2 時間放置したとき、液の色は、グリオキザール標準液（2 ppm C₂H₂O₂）2.0 mL を試料溶液と同様に操作して得られる液の色と比較して濃くない。

（20 ppm 以下）

乾燥減量 10.0% 以下（1 g, 105°C, 3 時間）

強熱残分 本品の粘度が 1000 mPa・s 以下では 4.0% 以下、本品の粘度が 1000 mPa・s を超えるものでは 1.0% 以下である。（1 g）

ただし、粘度の判定には純度試験(2)の方法を用いる。

定量法 ガスクロマトグラフィー 溶液は用時製する。

本品約 30 mg を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 60 mg、内標準溶液 2.00 mL 及びヨウ化水素酸 1.0 mL を加えて、直ちに密栓し、その質量を精密に量る（加熱前の総質量）。バイアル瓶は、約 165 ± 2°C のオープン中又は適切な加熱器でかき混ぜながら 150 分間加熱する。放冷後、バイアル瓶の質量を精密に量る（加熱後の総質量）。ただし、加熱での減量が 10 mg 以上であれば、新たに調製する。液層が分離した後、シリンジを用いてセプタムを通して、上層を適量分取し、試料溶液とする。別に、アジピン酸 60 mg、内標準溶液 2.00 mL 及びヨウ化水素酸 1.0 mL を分解瓶にとり、直ちに密栓する。ヨードエタン 55 µL をセプタムを通して加え、その質量を精密に量った後、振り混ぜる。液層が分離した後、シリンジを用いてセプタムを通して、上層を適量分取し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 µL につき、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行い、試料溶液及び標準溶液のヨードエタンのピーク面積 A_3 及び A_1 並びにオクタンのピーク面積 A_2 及び A_1 を測定する。

$$\text{レスポンスファクター (R)} = (A_1 \times W_1 \times C) / (A_2 \times 100)$$

A_1 : 標準溶液の *n*-オクタンのピーク面積

A_2 : 標準溶液のヨードエタンのピーク面積

W_1 : 標準溶液のヨードエタンの秤取量 (mg)

C : ヨードエタン含量 (%)

$$\text{ヒドロキシエトキシ基の量 (\%)} = (A_4 \times R \times M_1 \times 100) / (A_3 \times W_2 \times M_2)$$

A_3 : 試料溶液の *n*-オクタンのピーク面積

A_4 : 試料溶液のヨードエタンのピーク面積

R : 標準溶液のレスポンスファクター

M_1 : ヒドロキシエトキシ基の分子量: 61.1

M_2 : ヨードエタンの分子量: 156.0

W_2 : 試料溶液中の乾燥した本品の秤取量 (mg)

内標準溶液: *n*-オクタン 0.5 mL に *o*-キシレン 10 mL を加えて混和し, さらに *o*-キシレンを加えて 100.0 mL とする.

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 0.53 mm, 長さ 30 m の石英管の内面にガスクロマトグラフィー用 100% ジメチルポリシロキサンを厚さ 3 μm で被覆したもの. ※¹

カラム温度: 50°C 付近の一定温度で注入し, 3 分間保った後, 100°C になるまで最初の 5 分間, 1 分間に 10°C の割合で昇温し, 次に 250°C になるまでの 4.3 分間, 1 分間に約 35°C の割合で昇温し, 250°C 付近の一定温度で 8 分間保つ.

注入口温度: 250°C

検出器温度: 280°C

キャリアーガス: ヘリウム

流速: 4.2 mL/分

スプリット比: 1:40

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 1 μL につきにつき, 上記条件で操作するとき, オクタンの保持時間は約 10 分であり, オクタンに対するヨードエタンの相対保持時間は約 0.6 であり, その分離度は 5.0 以上である.

システムの再現性: 標準溶液 1 μL につきにつき, 上記条件で試験を 6 回繰り返すとき, ヨードエタンのレスポンスファクターの相対標準偏差は 2.0% 以下である.

表示規定 本品に加えた pH 調節剤の物質名と濃度を表示する。

試薬・試液

塩化物標準液 (5 ppm Cl)

塩化ナトリウム 0.824 g を水に溶かして 1000.0 mL とする。用時、水で 100 倍に希釈する。

グリオキザール標準原液 (20 ppm C₂H₂O₂)

40%グリオキザール溶液の換算したグリオキザール 0.200 g に対応する量を 100 mL の秤線付きフラスコにとり、エタノール (99.5) で希釈して 100 mL とする。用時、エタノール (99.5) で 100 倍に希釈する。

グリオキザール標準液 (2 ppm C₂H₂O₂)

グリオキザール標準原液 (20 ppm C₂H₂O₂) をエタノール (99.5) で 10 倍に希釈する。用時製する。

ヨードエタン

無色または淡黄色の液で、光や空気への暴露により褐色となる。エタノール (95) や多くの有機溶媒と混和する。

含量 99.0%以上

比重 d_{20}^{20} : 約 1.95

屈折率 n_D^{20} : 約 1.513

沸点 約 72°C

貯法 気密容器

※1 RTX-1 Restek, DB-1 or HP-1 などのカラムが該当する。

注：日局収載時には非調和事項として次の規格項目の追加を予定しています。

- ① 性状
- ② 純度試験 重金属
- ③ 貯法 容器
- ④ 見かけ粘度